#### WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Internationales Büro
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 7:

D01F 2/00, D01D 10/06

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:

WO 00/18991

A1

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:

6. April 2000 (06.04.00)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/AT99/00229

(22) Internationales Anmeldedatum:

28. September 1999

(28.09.99)

(30) Prioritätsdaten:

A 1614/98

29. September 1998 (29.09.98)

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): LENZ-ING AKTIENGESELLSCHAFT [AT/AT]; Werkstrasse 2, A-4860 Lenzing (AT).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): FEILMAIR, Wilhelm [AT/AT]; Lacherwiese 30, A-4863 Seewalchen (AT). FIRGO, Heinrich [AT/AT]; Billrothstrasse 4, A-4840 Vöcklabruck (AT). MÄNNER, Johann [AT/AT], Bach 97, A-4852 Weyregg (AT).

(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

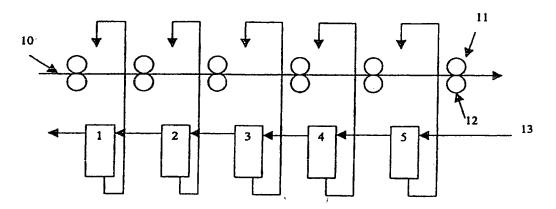
#### Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING CELLULOSIC FIBERS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG CELLULOSISCHER FASERN



(57) Abstract

The invention relates to a method for producing cellulosic fibers from solutions of the cellulose in an aqueous tertiary amine oxide. The extruded fibers are guided through a spinning bath and are then cut. The cut fibers are guided through several interconnected washing baths in the form of a fleece and dried. Fresh washing liquid is supplied to the last washing bath and guided up to the first washing bath in counterflow to the direction of transport of the non-woven fleece. The inventive process is characterized in that the pH of each of the washing baths is kept above 8.5.

#### (57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern aus Lösungen der Cellulose in einem wässerigen tertiären Aminoxid, wobei die extrudierten Fasern über ein Fällbad geführt und geschnitten werden, und die geschnittenen Fasern in Form eines Vlieses über mehrere Waschbäder geführt und anschließend getrocknet werden, welche Waschbäder miteinander in Verbindung stehen und wobei frische Waschbüsigkeit im letzten Waschbad aufgegeben wird und im Gegenstrom zur Transportrichtung des Faservlieses bis zum ersten Waschbad geführt wird. Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß der pH-Wert jedes der Waschbäder auf höher als 8,5 gehalten wird.

#### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

		ES	P:	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AL	Albanien		Spanien	LT	Litauen	SK	Slowakei
AM	Armenien	FI	Finnland			SN	Senegal
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SZ	Swasiland
UA	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	-	
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
вв	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	ТJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungara	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US -	Vereinigte Staaten von
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		Amerika
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
СН	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YŪ	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	КР	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neusceland	zw	Zimbabwe
1	Kamerun	KI	Korea	PL	Polen		
CM		KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China		•	RO	Rumānien		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein			•	
DK .	Danemark "	LK		· ··SE ·	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

10

15

20

25

30

ì

### Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern aus Lösungen der Cellulose in einem wässerigen tertiären Aminoxid.

In den letzten Jahrzehnten wurden bedingt durch die Umweltproblematik des bekannten Viskoseverfahrens zur Herstellung cellulosischer Fasern intensive Anstrengungen unternommen, alternative, umweltfreundlichere Verfahren zur Verfügung zu stellen. Als eine besonders interessante Möglichkeit hat sich dabei in den letzten Jahren herauskristallisiert, Cellulose ohne Ausbildung eines Derivates in einem organischen Lösungsmittel aufzulösen und aus dieser Lösung Formkörper zu extrudieren. Fasern, welche aus solchen Lösungen ersponnen werden, erhielten von der BISFA (The International Bureau for the Standardization of man made fibers) den Gattungsnamen Lyocell zugeteilt, wobei unter einem organischen Lösungsmittel ein Gemisch aus einer organischen Chemikalie und Wasser verstanden wird. Weiters sind solche Fasern auch unter dem Begriff "lösungsmittelgesponnene Fasern" bekannt.

Es hat sich herausgestellt, daß sich als organisches Lösungsmittel insbesondere ein Gemisch aus einem tertiären Aminoxid und Wasser hervorragend zur Herstellung von Lyocell-Fasern bzw. anderen Formkörpern eignet. Als Aminoxid wird dabei vorwiegend N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) verwendet. Andere geeignete Aminoxide sind in der EP-A 0 553 070 geoffenbart. Verfahren zur Herstellung cellulosischer Formkörper aus einer Lösung der Cellulose in einem Gemisch aus NMMO und Wasser sind z.B. in der US-PS 4,246,221 oder in der PCT-WO 93/19230 geoffenbart. Dabei wird die Celluloselösung aus einer Spinndüse extrudiert, in einem Luftspalt verstreckt und aus der Lösung in einem wäßrigen Fällbad ausgefällt. Dieses Verfahren wird im folgenden als "Aminoxidverfahren" oder "Lyocellverfahren" bezeichnet, wobei mit der Abkürzung "NMMO" im folgenden sämtliche tertiäre Aminoxide gemeint sind, die Cellulose lösen können. Nach dem Aminoxidverfahren hergestellte Fasern zeichnen sich durch eine hohe Faserfestigkeit im konditionierten sowie im nassen Zustand, einen hohen Naßmodul und eine hohe Schlingenfestigkeit aus.

20

25

30

Aus der PCT-WO 97/14829 ist bekannt, daß die frisch ersponnnenen Lyocellfasern nach dem Verlassen des Fällbades geschnitten und in Form eines Vlieses aus unregelmäßig orientierten Fasern gewaschen werden.

- Die PCT-WO 92/14871 beschreibt ein Verfahren zur Wäsche von nach dem Aminoxidverfahren hergestellten Fasern. Dabei werden die noch nicht geschnittenen kontinuierlichen Fasern in Form eines Faserkabels durch mehrere Waschbäder geführt. Das Schneiden der Fasern zu Stapelfasern erfolgt erst in einer späteren Verfahrensstufe.
- In der PCT-WO 92/14871 wird betont, daß der pH-Wert der Waschbäder unterhalb von 8,5 liegen muß, da sonst die resultierenden Fasern eine verstärkte Neigung zur Fibrillation aufweisen.
  - Die PCT-WO 92/14871 weist in diesem Zusammenhang darauf hin, daß es aus dem Viskoseverfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern bekannt ist, daß eine der Waschstufen als Bleichestufe ausgebildet ist, in welcher ein alkalischer pH-Wert vorherrscht. Es ist jedoch im Aminoxidverfahren bekannt, daß sämtliche Waschflüssigkeiten zur Rückgewinnung von NMMO im Kreislauf geführt werden. Es ist in diesem Zusammenhang auch aus der PCT-WO 92/14871 bekannt, daß die Waschbäder miteinander in Verbindung stehen und frische Waschflüssigkeit im letzten Waschbad aufgegeben und im Gegenstrom zur Transportrichtung des Faserkabels bis zum ersten Waschbad geführt wird. Da der Eintrag zusätzlicher Chemikalien in größeren Mengen in diesen Kreislauf unerwünscht ist, kann im Aminoxidverfahren keine Bleichestufe in den Kreislauf der Waschflüssigkeit implementiert werden. Es ist lediglich möglich, ein Bleichebad unabhängig von den miteinander in Verbindung stehenden Waschbädern vorzusehen. Wenn somit im folgenden von "Waschbädern" die Rede ist, so ist damit ein solches unabhängiges Bleichebad nicht gemeint.

Ein weiteres Problem der Wäsche der nach dem Aminoxidverfahren hergestellten Fasern ist, daß anhaftendes NMMO zur Gänze von der Faser entfernt werden muß.

Die vorliegende Erfindung stellt sich zur Aufgabe, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, bei welchem mit möglichst geringem Aufwand das NMMO aus der Faser ausgewaschen werden kann.

PCT/AT99/00229 WO 00/18991 3

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern aus Lösungen der Cellulose in einem wässerigen tertiären Aminoxid gelöst, wobei die extrudierten Fasern über ein Fällbad geführt und geschnitten werden und die geschnittenen Fasern in Form eines Vlieses über mehrere Waschbäder geführt und anschließend getrocknet werden, welche Waschbäder miteinander in Verbindung stehen und wobei frische Waschflüssigkeit im letzten Waschbad aufgegeben wird und im Gegenstrom zur Transportrichtung des Faservlieses bis

zum ersten Waschbad geführt wird, und welches Verfahren dadurch gekennzeichnet ist, daß der pH-Wert jedes der Waschbäder auf höher als 8,5 gehalten wird. Für die Zwecke der

vorliegenden Erfindung wird im weiteren ein pH-Wert von mehr als 8,5 als "alkalischer pH-

Wert" bezeichnet.

10

15

Die Erfindung bezieht sich dabei auf sogenannte "Waschstrecken" aus mehreren miteinander in Verbindung stehenden Waschbädern. Erfindungsgemäß muß der pH-Wert der Waschflüssigkeit jedes der miteinander in Verbindung stehenden Waschbäder höher als 8,5 gehalten werden. Bäder, die nicht mit den Waschbädern in Verbindung stehen und daher nicht mit der gleichen Waschflüssigkeit gespeist werden, wie z.B. separate Behandlungs- oder Bleichebäder, sind von der vorliegenden Erfindung nicht umfaßt.

Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß ein alkalischer pH-Wert der Waschbäder im Falle 20 einer Wäsche von frisch gesponnenen und geschnittenen Lyocell-Fasern in Vliesform im Unterschied zu einer Wäsche von kontinuierlichen Fasern in Kabelform bewirkt, daß das NMMO in weniger Waschstufen zur Gänze aus der Faser entfernt werden kann. Damit kann der Bedarf an Waschwasser und Installationen deutlich verringert werden, was sich auf die Kosten des Verfahrens günstig auswirkt.

25

Weiters zeigt sich im Unterschied zu einer Wäsche der Fasern in Kabelform, daß ein alkalischer pH-Wert des bzw. der Waschbäder keinen negativen Einfluß auf die Fibrillationstendenz der resultierenden Fasern hat.

30

Eine vorteilhafte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, daß der pH-Wert der Waschbäder zwischen 9 und 11 gehalten wird. Weiters bevorzugt wird der pH-Wert der Waschbäder zwischen 10 und 11 gehalten.

Es zeigt sich, daß beim Auswaschen des NMMO aus den Fasern in den ersten Waschbädern die größte Menge an NMMO aus den Fasern entfernt wird. In den nachfolgenden Waschbädernn sind nur mehr geringere Mengen an NMMO in den Fasern vorhanden, welche sich jedoch schwerer auswaschen lassen. Ein alkalischer pH-Wert der Waschflüssigkeit bewirkt insbesondere in diesen nachfolgenden Bädern eine Erhöhung der Rate, in welcher NMMO ausgewaschen wird.

In vorteilhafter Weise kann die Einstellung des pH-Wertes in den Waschbädern durch die Zugabe von basisch puffernden Substanzen erfolgen. Dabei ist insbesondere die Zugabe von Natronlauge bevorzugt. Die dabei notwendige Menge an Natronlauge, welche von Prozeßparametern wie z.B. dem pH-Wert des Vlieses bzw. der Feuchtigkeit im Vlies abhängt, läßt sich für den Fachmann anhand der jeweiligen Gegebenheiten einfach ermitteln. In einfacher Weise wird die Zugabemenge anhand des pH-Wertes der Waschbäder geregelt.

15

10

Die Natronlauge kann dabei nur in eines der Waschbäder oder aber auch an mehreren Stellen der Wäsche zudosiert werden. Es zeigt sich, daß die Zugabe von Alkali zu den Waschbädern keinen negativen Einfluß auf die nachfolgenden Prozeßschritte wie Reinigung der Waschbäder und Rückgewinnung des Lösungsmittels hat.

20

25

30

Insbesondere erweist es sich als vorteilhaft, die basisch puffernde Substanz im zweiten Drittel der aus den in miteinander in Verbindung stehenden Waschbädern bestehenden Waschstrecke zuzugeben. Damit wird gewährleistet, daß in den letzten Waschbädern, in denen ein alkalischer pH-Wert eine besonders große Rolle spielt, ausreichende Alkalinität vorhanden ist und anderererseits nicht zu viel basisch puffernde Substanz mit den gewaschenen Fasern ausgetragen wird.

Es ist weiters vorteilhaft, wenn das Faservlies nach dem Verlassen eines Waschbades vor dem Eintritt in das folgende Waschbad abgepreßt wird. Damit wird eine Verschleppung von NMMO-belastetem Waschwasser in die folgende Waschstufe weitgehend vermieden.

a order tredeg ell gener minnet terre. Cital de may plant de plantage en er magnetage de transporte el persona

Die Temperatur des Waschwassers liegt bevorzugt bei ca. 20°C bis 90°C.

WO 00/18991 PCT/AT99/00229

Zur Wäsche des Vlieses kann dieses durch die mit Waschflüssigkeit gefüllten Waschbäder geführt werden. Die Waschbäder können auch dahingehend ausgestaltet sein, daß Waschflüssigkeit auf das Vlies aufgesprüht wird.

Das Gesamtflottenverhältnis der Waschflüssigkeit zum Faservlies beträgt vorteilhafterweise 1,5:1 bis 40:1.

Die Erfindung wird im folgenden durch die Figur und Ausführungsbeispiele näher beschrieben.

10

15

20

Dabei bezeichnet die Figur 1 schematisch ein Verfahren zur Wäsche eines Faservlieses aus frisch ersponnenen geschnittenen Lyocellfasern.

Das Faservlies (10) wird dabei z.B. auf einem Siebband (nicht dargestellt) durch die verschiedenen Waschbäder (in der Figur 1 sind es 5 Waschbäder) geführt. In jedem Waschbad wird das Faservlies von oben mit Waschflüssigkeit aus einem unterhalb des Siebbandes befindlichen Behälter (1 bis 5) besprüht. Die Waschflüssigkeit fließt nach unten wieder in den jeweiligen Behälter ab. Frisches Waschwasser 13 wird dem letzten Bad (Behälter 5) zugeführt. Das Waschwasser zirkuliert in den jeweiligen Bädern, wobei die Rate der Zirkulation innerhalb eines Bades höher sei kann als die Rate der Zufuhr des frischen Waschwassers in das letzte Waschbad. Überschüssiges Waschwasser wird im Gegenstrom zur Transportrichtung des Faservlieses dem jeweils vorgeschalteten Waschbad zugeführt. Das Faservlies wird nach jedem Waschbad mittels Walzenpaaren wie z.B. dem Walzenpaar (11, 12) abgepreßt. Nach dem Verlassen des letzten Waschbades wird das gewaschene Faservlies weiteren Nachbehandlungsstufen zugeführt bzw. getrocknet. Das Waschwasser des ersten Waschbades wird weiter dem Fällbad bzw. der Reinigung und Rückgewinnung von NMMO zugeführt.

### Beispiel 1 (Vergleichsbeispiel):

30

25

In einem kontinuierlichen Pilotanlagenbetrieb wurde ein Faservlies von frisch ersponnenen Lyocellfasern in fünf Waschbädern unter Verwendung von leicht alkalischem Wasser als

25

Waschflüssigkeit ohne zusätzliche Maßnahmen gemäß der oben angegebenen allgemeinen Verfahrensweise gewaschen.

Nach jedem Waschbad wurde das Vlies auf einen Wassergehalt von ca. 200 % abgepreßt. Nach dem letzten Waschbad wurde das Vlies auf einen Wassergehalt von ca. 100 % abgepreßt und anschließend getrocknet.

### Beispiel 2 (erfindungsgemäßes Verfahren):

10 Es wurde wie in Beispiel 1 vorgegangen, jedoch wurde im Ablauf des vierten Waschbades 0,1M NaOH so zugegeben, daß im Zulauf des dritten Waschbades ein pH-Wert von ca. 11 resultierte.

Bei beiden Versuchen wurde das Ausmaß an pro Waschbad ausgewaschenem NMMO bestimmt. Dieses Ausmaß wird durch den Austragsfaktor f definiert, der nach der folgenden Formel ermittelt wird:

$$f = (c_1-c_2) / c_1$$

wobei c<sub>1</sub> die Konzentration an NMMO auf der Faser beim Eintritt in das Waschbad ist und c<sub>2</sub> die Konzentration an NMMO auf der Faser beim Verlassen des Waschbades ist. Ein höherer Wert für den Austragsfaktor f bedeutet ein vollständigeres Auswaschen des NMMO in dem betreffenden Waschbad.

In der folgenden Tabelle sind einander die jeweils in den Waschbädern gemessenen pH-Werte sowie die Austragsfaktoren gegenübergestellt:

	Verg	leichsbeispiel	Erfindungsgemäßes Verfahren		
Waschbad	pH-Wert	Austragsfaktor f	pH-Wert	Austragsfaktor f	
1	7,6	0,7	10,4	0,8	
2	7,1	0,5	10,8	0,6	
3	7,3	0,5	11,1	0,6	
4	7,3	0,5	11,3	0,6	
5	8,2	0,4	9,7	0,9	

Aus dem Vergleich der Werte ergibt sich, daß mit dem erfindungsgemäßen Verfahren der NMMO-Gehalt der Fasern innerhalb eines Waschbades in größerem Ausmaß verringert werden kann. Dies gilt insbesondere für die letzten Waschbäder, in welchen eine Entfernung der geringen Restgehalte an NMMO besonders schwierig ist. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist somit ein vollständiges Entfernen des NMMO mit deutlich weniger Waschbädern und somit mit geringeren Kosten möglich.

### Patentansprüche:

5

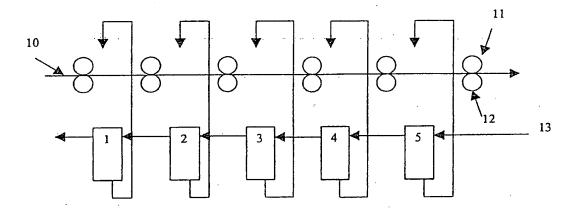
10

15

- 1. Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern aus Lösungen der Cellulose in einem wässerigen tertiären Aminoxid, wobei die extrudierten Fasern über ein Fällbad geführt und geschnitten werden, und die geschnittenen Fasern in Form eines Vlieses über mehrere Waschbäder geführt und anschließend getrocknet werden, welche Waschbäder miteinander in Verbindung stehen und wobei frische Waschflüssigkeit im letzten Waschbad aufgegeben wird und im Gegenstrom zur Transportrichtung des Faservlieses bis zum ersten Waschbad geführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß der pH-Wert jedes der Waschbäder auf höher als 8,5 gehalten wird.
  - Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der pH-Wert jedes der Waschbäder zwischen 9 und 11 gehalten wird.
- Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Einstellung des pH-Wertes in den Waschbädern durch die Zugabe von basisch puffernden Substanzen erfolgt.
- Verfahren gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest einem der Waschbäder Natronlauge zugegeben wird.
  - 5. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Faservlies nach dem Verlassen eines Waschbades vor dem Eintritt in das folgende Waschbad abgepreßt wird.
    - Verfahren gemäßeinem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Waschflüssigkeit 20°C bis 90°C beträgt.

25

Figur 1



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internal | I Application No PCT/AT 99/00229

A. CLASSIF IPC 7	D01F2/00 D01D10/06	-	
According to	International Patent Classification (IPC) or to both national classification and	IPC	
B. FIELDS			
Minimum do IPC 7	cumentation searched (classification system followed by classification symbol $001F-0010$	ols)	-
Documentati	ion searched other than minimum documentation to the extent that such doct	ments are included in the fields searched	
. Citi at a sain als	ata base consulted during the international search (name of data base and,	where practical, search terms used)	
Electionic de	ala base consulted during the linemational search frame of data sales and		
C. DOCUME	INTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant pa	ssages Rele	vant to claim No.
Α	WO 97 45574 A (PARKER DIANNE ;GRAVESO (GB); COURTAULDS FIBRES HOLDINGS LTD 4 December 1997 (1997-12-04)	N IAN 1-6	
	the whole document		
Α	WO 98 02602 A (PARKER DIANNE ;GRAVESO (GB); COURTAULDS FIBRES HOLDINGS LTD 22 January 1998 (1998-01-22) the whole document		
Α	WO 98 03707 A (PARKER DIANNE ;COURTAU FIBRES HOLDINGS LTD (GB)) 29 January 1998 (1998-01-29) the whole document	LDS 1-6	
		ŀ	
		<u> </u>	
X Funi	her documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are listed in annex.	
° Special ca	stegories of cited documents : "T" late	r document published after the international filin	ig date
	ent defining the general state of the art which is not	priority date and not in conflict with the applicat ed to understand the principle or theory underly	thig the
i .	document but published on or after the international "X" doc	vention nument of particular relevance; the claimed invel	ntion
filing o	late ca	nnot be considered novel or cannot be considered to the considered to the considered to the control of the cont	ed to
which	is cited to establish the publication date of another "Y* doo n or other special reason (as specified)	ument of particular relevance; the claimed inversions to particular relevance; the claimed inversions the considered to involve an inventive atep	ntion when the
	means m	cument is combined with one or more other suc ents, such combination being obvious to a perso	ch docu- on skilled
	ent published prior to the international filing date but	the art. sument member of the same patent family	
Date of the	actual completion of the international search Da	te of mailing of the international search report	
1	4 January 2000	25/01/2000	
1		thorized officer	
	NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Tarrida Torrell, J	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internati Application No
PCT/AT 99/00229

C.(Continu	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 97 25462 A (FRAUNHOFER GES FORSCHUNG ;FRIGGE KONRAD (DE); FINK HANS PETER (DE)) 17 July 1997 (1997-07-17) the whole document	1-6
Α.	EP 0 218 934 A (WOLFF WALSRODE AG) 22 April 1987 (1987-04-22) the whole document	1-6
A	WO 96 05340 A (DOW CHEMICAL CO) 22 February 1996 (1996-02-22) the whole document	1-6
	;	
•		

1

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Internat: I Application No PCT/AT 99/00229

	tent document in search report	t	Publication date		Patent family member(s)	Publication date
WÖ	9745574	A	04-12-1997	AU	2969697 A	05-01-1998
WO	9802602	Α	22-01-1998	ĄU	3549597 A	09-02-1998
WO	9803707	Α	29-01-1998	AU EP	3627897 A 0914503 A	10-02-1998 12-05-1999
WO	9725462	Α	17-07-1997	DE EP	19600572 A 0876522 A	10-07-1997 11-11-1998
EP	0218934	Α	22-04-1987	DE FI US	3536537 A 864079 A 4790044 A	16-04-1987 13-04-1987 13-12-1988
WO	9605340	A	22-02-1996	JP US CA EP EP WO US CA	8060436 A 5585052 A 2195084 A 0776387 A 0804639 A 9605341 A 5756031 A 2195320 A	05-03-1996 17-12-1996 22-02-1996 04-06-1997 05-11-1997 22-02-1996 26-05-1998 22-02-1996

### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internat les Aktenzeichen
PCT/AT 99/00229

	•	1 01,711,	
A. KLASSI IPK 7	FIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES D01F2/00 D01D10/06		
Nach der in	nternationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Kla	ssifikation und der IPK	
	RCHIERTE GEBIETE		
Recherchied IPK 7	rter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbo D01F D01D	ole )	_
Recherchie	rte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, sc	weit diese unter die recherchierten Geb	iete fallen
Wāhrend de	er Internationálen Récherche konsultierte elektrónische Datenbank (N	ame der Datenbank und evtl. verwende	te Suchbegriffe)
C. ALS WE	ESENTLICH ÄNGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angab	e der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
А	WO 97 45574 A (PARKER DIANNE ;GRA (GB); COURTAULDS FIBRES HOLDINGS 4. Dezember 1997 (1997-12-04) das ganze Dokument	1-6	
А	WO 98 02602 A (PARKER DIANNE ;GRA (GB); COURTAULDS FIBRES HOLDINGS 22. Januar 1998 (1998-01-22) das ganze Dokument	1-6	
А	WO 98 03707 A (PARKER DIANNE ;COL FIBRES HOLDINGS LTD (GB)) 29. Januar 1998 (1998-01-29) das ganze Dokument	JRTAULDS	1-6
		-/	
			·
	itere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu nehmen	X Siehe Anhang Patentfamilie	
"A" Veröffe aber r "E" älteres Anme	e Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : antlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen ildedatum veröffentlicht worden ist antlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft er-	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach o oder dem Prioritätsdatum veröffent Anmeldung nicht koltidert, sonderm Erfindung zugrundellegenden Prinz Theorle angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Be kann allein aufgrund dieser Veröffe	licht worden ist und mit der nur zum Verständnis des der ilps oder der ihr zugrundeliegenden deutung; die beanspruchte Erlindung
scheir ander soll oc ausge "O" Veröffe eine E "P" Veröffe	nen zu lässen, öder durch die das Veröffentlichungsdatum einer ren im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden der die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie	erlinderischer Tätigkeit beruhend b "Y" Veröffentlichung von besonderer Be kann nicht als auf erfinderischer Tä werden, wenn die Veröffentlichung Veröffentlichungen dieser Kategonidlese Verbindung für einen Fachma "&" Veröffentlichung, die Mitglied dersei	etrachtet werden deutung; die beanspruchte Erlindung tigkeit beruhend betrachtet mit einer oder mehreren anderen a in Verbindung gebracht wird und ann naheliegend ist
Datum des	Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen	Recherchenberichts
	4. Januar 2000	25/01/2000	
1	Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fåx: (+31–70) 340–3016	Tarrida Torrell	, <b>J</b>

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internat les Aktenzeichen
PCT/AT 99/00229

Categorie*	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN  Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 97 25462 A (FRAUNHOFER GES FORSCHUNG ;FRIGGE KONRAD (DE); FINK HANS PETER (DE)) 17. Juli 1997 (1997-07-17) das ganze Dokument	1-6
<b>A</b>	EP 0 218 934 A (WOLFF WALSRODE AG) 22. April 1987 (1987-04-22) das ganze Dokument	1-6
A	WO 96 05340 A (DOW CHEMICAL CO) 22. Februar 1996 (1996-02-22) das ganze Dokument	1-6
·		
·		
	an enterprise that you is the first of the properties and the	S. Naragan States

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur seiben Patentiamille gehören

Internatic 3 Aktenzeichen
PCT/AT 99/00229

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		tglied(er) der Patentlamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9745574	Α	04-12-1997	AU	2969697 A	05-01-1998
WO 9802602	Α	22-01-1998	AU	3549597 A	09-02-1998
WO 9803707	Α	29-01-1998	AU EP	3627897 A 0914503 A	10-02-1998 12-05-1999
WO 9725462	A	17-07-1997	DE EP	19600572 A 0876522 A	10-07-1997 - 11-11-1998
EP 0218934	Α	22-04-1987	DE FI US	3536537 A 864079 A 4790044 A	16-04-1987 13-04-1987 13-12-1988
WO 9605340	A	22-02-1996	JP US CA EP EP WO US CA	8060436 A 5585052 A 2195084 A 0776387 A 0804639 A 9605341 A 5756031 A 2195320 A	05-03-1996 17=12-1996 22-02-1996 04-06-1997 05-11-1997 22-02-1996 26-05-1998 22-02-1996